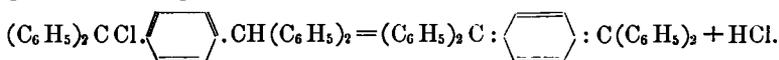


470. A. E. Tschitschibabin:

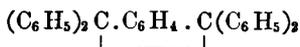
Eine Darstellungsmethode der Kohlenwasserstoffe der Chinodimethanreihe und ihrer Derivate.

(Eingegangen am 30. Juli 1908.)

In der Abhandlung ¹⁾ »Über das *p*-Benzhydryl-tetraphenylmethan« habe ich die Vermutung geäußert, daß die Neigung, orange Farbe anzunehmen, bei den *p*-Benzhydryl-triphenylmethylhalogeniden durch die Abspaltung der Elemente von Halogenwasserstoffen und durch die Bildung des gefärbten Kohlenwasserstoffs von Thiele und Balhorn (Tetraphenylchinodimethan) bedingt wird. Bei der üblichen chinoiden Formel des Kohlenwasserstoffs läßt die Reaktion sich durch die folgende Gleichung ausdrücken:



Ganz analogen Ausdruck findet die Reaktion auch in dem Falle, wenn wir für den Kohlenwasserstoff die aromatische Formel

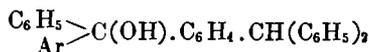


annehmen, nur mit dem Unterschiede, »daß in diesem Falle die Ringschließung zwischen zwei para-ständigen Methankohlenstoffatomen vorausgesetzt sein muß«.

Die oben besprochene Vermutung hat sich nun in vollem Maße bestätigt. In der Tat geht die Abspaltung der Elemente von Halogenwasserstoffen außerordentlich leicht vor sich, und diese Reaktion kann als eine bequeme Darstellungsmethode des Tetraphenylchinodimethans benutzt werden. Die Reaktion hat ein nicht unbedeutendes Interesse, da sie auf verschiedene Derivate des *p*-Benzhydryl-triphenylcarbinols ausgedehnt werden kann und dabei die Hoffnung gibt, einige Derivate des Chinodimethans darzustellen, welche mit Hülfe anderer bis jetzt bekannter Methoden (von Thiele und Balhorn²⁾ und von Staudinger³⁾) nicht dargestellt werden können.

In dieser Richtung sind von mir einstweilen folgende Resultate erhalten.

Durch die Reaktion des *p*-Benzoyl-triphenylmethans mit magnesiumorganischen Verbindungen werden Homologe und Derivate des *p*-Benzhydryl-triphenylcarbinols vom Typus



¹⁾ Diese Berichte **41**, 2421 [1908]. ²⁾ Diese Berichte **37**, 1463 [1904].

³⁾ Diese Berichte **41**, 1355, 1493 [1908].

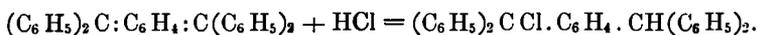
und aus diesen über die Halogenide die entsprechenden Derivate des Chinodimethans $\text{C}_6\text{H}_5 \begin{array}{l} \text{>} \\ \text{Ar} \end{array} \text{C} : \text{C}_6\text{H}_4 : \text{C}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$ erhalten ¹⁾.

Auf diese Weise wurden Triphenyl-*p*-tolyl-chinodimethan, Triphenyl- α -naphthyl-chinodimethan und *p*-Bromtetraphenyl-chinodimethan dargestellt.

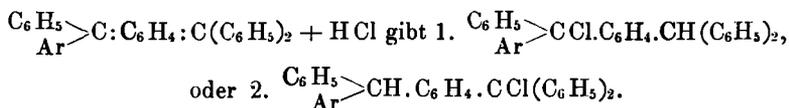
Die Abspaltung der Halogenwasserstoffe aus den Halogeniden scheint in kleinem Maße schon bei gewöhnlicher Temperatur von selbst vor sich zu gehen. Wenigstens konnte beim Erkalten der Halogenide in vacuo über Schwefelsäure bei jedem Auspumpen in der Luft die Gegenwart der Halogenwasserstoffe nachgewiesen werden, wobei die Halogenide mit der Zeit immer stärkere orange Färbung erhielten, während sie im geschlossenen Gefäß fast ungefärbt blieben. Beim Öffnen des Glases, in welchem sie aufbewahrt wurden, bemerkt man immer einen Geruch nach Halogenwasserstoffen. Beim Lösen der Halogenide in heißem Xylol fand immer eine ziemlich bedeutende Entwicklung von Halogenwasserstoff statt.

Für die Darstellung der Kohlenwasserstoffe benutzte ich immer das Chinolin als Abspaltungsmittel für Halogenwasserstoff.

Die umgekehrte Reaktion der Vereinigung der Kohlenwasserstoffe mit Halogenwasserstoffen verläuft auch außerordentlich leicht, wobei in dem Falle des Tetraphenyl-chinodimethans das Ausgangschlorid bzw. -bromid sich bildet, z. B.:



Für andere Kohlenwasserstoffe, welche unsymmetrische Struktur haben, kann die Vereinigung der Elemente von Halogenwasserstoffen zwei Richtungen annehmen, wobei sich entweder die Ausgangshalogenide oder aber neue Substanzen bilden können:



Dieser Fall wurde von mir bei dem Triphenyl- α -naphthyl-chinodimethan untersucht.

Es zeigte sich, daß bei der Verbindung des Chlorwasserstoffs mit diesem Kohlenwasserstoff die Reaktion in beiden Richtungen geht; doch in überwiegendem Maße bildet sich das Chlorid, welches von der Ausgangssubstanz verschieden ist. Auf diese Weise ermöglicht die Reaktion den Übergang von den Derivaten des *p*-Benzhydryl-diphenyl- α -naph-

¹⁾ Der Kürze wegen schreibe ich weiter immer nur die übliche chinoiden Formel.

thyl-carbinols zu Derivaten des *p*-Diphenyl- α -naphthyl-methyl-triphenylcarbinols.

Die beiden umgekehrten Reaktionen lassen die Vermutung zu, daß die Reaktion zwischen den Kohlenwasserstoffen und Halogenwasserstoffen eine umkehrbare ist, welche von einem gewissen Gleichgewichtszustande begrenzt wird.

Auflösen der Kohlenwasserstoffe in Schwefelsäure erzeugt dieselbe Färbung, wie auch das Auflösen der Carbinole und ihrer Chloride, und diese Färbung wird ohne Zweifel durch die Vereinigung mit den Elementen der Schwefelsäure und durch die Bildung des Sulfats des Carbinols hervorgerufen.

Ich beabsichtige, die Reaktion auch auf andere Derivate des Chinodimethans auszudehnen.

Sehr interessant wird es sein, zu erklären, wie die Farbe der Verbindungen sich mit der Substitution der Wasserstoffatome durch verschiedene Gruppen verändern wird. In dieser Hinsicht wissen wir bisher, daß alle bis jetzt bekannten Kohlenwasserstoffe dieser Reihe orange oder orangerote Farbe haben. Ein einziges bekanntes Derivat, das von mir dargestellte *p*-Bromtetraphenyl-chinodimethan, besitzt braunrote Farbe.

Experimenteller Teil.

Wie ich schon erwähnte, wurde die Abspaltung der Halogenwasserstoffe aus den Halogeniden mit Hilfe des Chinolins und namentlich in heißer xylolischer Lösung in einer Kohlendioxydatmosphäre ausgeführt. Zu diesem Zwecke benutzte ich den Apparat, welcher von Schmidlin¹⁾ für die Darstellung des »Triphenylmethyls« angewendet wurde. Das Halogenid wurde in Xylol aufgelöst, dann Chinolin zugesetzt, und das Gemisch eine Viertelstunde am Rückflußkühler gekocht. Die heiße Lösung wurde in dem zweiten Kolben von dem abgesetzten Chinolinsalz abfiltriert. Dann wurde der zweite Kolben geschwind an die Stelle des ersten gestellt, dann der Kohlendioxydstrom noch einige Zeit durchgelassen, der Inhalt des Kolbens bis zum Sieden erwärmt, der Zufluß des Kohlendioxyds gesperrt, der Apparat mit einem dunklen Stoffe vor Licht geschützt und alles einige Stunden stehen gelassen, wobei der Kohlenwasserstoff auskristallisierte. Die Krystalle wurden gewöhnlich durch einen Trichter abfiltriert, durch welchen ein Kohlendioxydstrom hindurchgelassen wurde, einige Male mit einer kleinen Menge Petroläther gewaschen, schnell zwischen Filtrierpapier abgepreßt und dann im Strom von trockenem Kohlendioxyd

¹⁾ Diese Berichte **41**, 423 [1908].

völlig getrocknet. Wie es scheint, werden die Substanzen in völlig trockenem Zustande kaum, oder wenigstens nur sehr langsam vom Luft-sauerstoff angegriffen.

Tetraphenyl-chinodimethan, $(C_6H_5)_2C : C_6H_4 : C(C_6H_5)_2$.

Zur Reaktion wurden 4 g Chlorid (*p*-Benzhydryl-triphenylchlor-methan) in 25 ccm Xylol und 2 g Chinolin genommen. Beim Kochen erhält die Flüssigkeit eine intensive orange Färbung; beim Erkalten der filtrierten Lösung schied sich das Tetraphenyl-chinodimethan in schönen, glänzenden, orangeroten Krystallen aus (nach dem Abfiltrieren und Trocknen etwa 2 g¹⁾). Die so ausgeschiedene Substanz ist schon fast völlig rein, wie ihr Schmelzpunkt zeigt. Zur völligen Reinigung kann sie noch einmal aus einer kleinen Menge heißem Xylol in einer Kohlendioxyd-Atmosphäre beim möglichsten Abschluß von Licht umkrystallisiert werden.

0.1528 g Sbst.: 0.5248 g CO₂, 0.0863 g H₂O. — 0.1870 g Sbst.: 0.6444 g CO₂, 0.1024 g H₂O.

C₃₂H₂₄. Ber. C 94.12, H 5.88.
Gef. » 93.67, 93.98, » 6.14, 6.08.

Das auf diese Weise erhaltene Tetraphenyl-chinodimethan stellt glänzende, orangerote Krystalle vor, deren Eigenschaften im allgemeinen mit den von anderen Forschern beschriebenen übereinstimmen. Nur in Bezug auf den Schmelzpunkt bekam ich etwas abweichende Resultate. Bei Bestimmung des Schmelzpunktes nämlich in offener Capillare wurden die Zersetzungstemperaturen ungefähr bei 240° gefunden, die aber bei mehreren Bestimmungen etwas verschieden waren (Thiele und Balhorn geben als Schmelzpunkt 239—242°, Staudinger 240—243° an). Dies geschieht darum, weil unter diesen Bedingungen Oxydation der Substanz durch den Luftsauerstoff stattfindet. Bei den Bestimmungen in einer zugeschmolzenen, mit Kohlendioxyd erfüllten Capillare fand ich den Schmelzpunkt bei 268° (unkorr.) unter nur teilweiser Zersetzung, so daß beim Erkalten die Substanz von neuem in krystallisiertem Zustande erhalten wird.

In Lösungen besitzt der Kohlenwasserstoff die Eigenschaften ungesättigter Verbindungen. So entfärbt die Lösung in Xylol leicht Brom, wobei das in Xylol schwer lösliche Bromid erhalten wird, welches, aus heißem Äthylenbromid umkrystallisiert, glänzende, weiße Blättchen darstellt, die bei 287° schmelzen (für das Tetraphenyl-

¹⁾ Wahrscheinlich können diese und die folgenden Ausbeuten noch verbessert werden, wenn man nur für die völlige Trockenheit und Reinheit der Ausgangshalogenhydrine peinlichste Sorge trägt.

p-xylylendibromid geben Thiele und Balhorn den Schmp. 287° an) und in Schwefelsäure sich mit sehr intensiver orange Farbe auflösen.

Außerordentlich leicht verläuft auch die Addition von Chlor- und Bromwasserstoff. Die Reaktion wurde auf folgende Weise ausgeführt.

Der Kohlenwasserstoff wurde in heißem Benzol in einer Kohlendioxyd-Atmosphäre aufgelöst und zu dieser Lösung eine Lösung von Chlor- bzw. Bromwasserstoff in Eisessig zugesetzt. Dabei findet fast augenblicklich Entfärbung der Lösung statt. Das Produkt wurde in eine Glasschale gegossen und einige Zeit zum Verdampfen des Benzols stehen gelassen. Dann wurde noch eine neue Menge des Eisessig-Halogenwasserstoffs zugesetzt. Die ausgeschiedenen Krystalle wurden abfiltriert und auf einer Tonplatte getrocknet. Die Eigenschaften des dabei erhaltenen Chlorids und Bromids erwiesen sich mit denen des vor kurzem von mir beschriebenen¹⁾ *p*-Benzhydryltriphenylchlor- und -brommethans als identisch. Und namentlich schmolz das Chlorid unter Zersetzung bei 142°, während es schon früher orange Färbung erhielt. Das Bromid zeichnet sich durch die äußerst schwere Löslichkeit in Eisessig aus. Beim Erwärmen wird es orange und zersetzt sich meistens nur allmählich über 200° zu einer orangen Flüssigkeit. (In der zitierten Abhandlung wurde irrtümlich als Zersetzungspunkt 140° angegeben.)

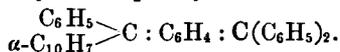
0.4968 g Sbst.: 0.1551 g AgCl.

$C_{32}H_{25}Cl$. Ber. Cl 7.99. Gef. Cl 7.72.

0.4970 g Sbst.: 0.1891 g AgBr.

$C_{32}H_{25}Br$. Ber. Br 16.55. Gef. Br 16.19.

Triphenyl- α -naphthyl-chinodimethan,



p-Benzhydryl-diphenyl- α -naphthylchlormethan, $(C_6H_5)(C_{10}H_7)CCl.C_6H_4.CH(C_6H_5)_2$. In die ätherische Lösung des α -Naphthylmagnesiumbromids, welche aus 13.5 g α -Bromnaphthalin und 1.35 g Magnesium gewonnen war, wurden allmählich 10 g *p*-Benzoyltriphenylmethan zugegeben, und das Gemisch noch eine Stunde auf dem Wasserbade unter Rückfluß gekocht. Das Produkt wurde in Wasser gegossen und dann mit verdünnter Essigsäure bis zum Auflösen der Magnesiumsalze versetzt. Die ätherische Lösung, mit Wasser gewaschen, wurde mit Natriumsulfat getrocknet und der Äther abdestilliert. Das im Rückstande erhaltene dicke, nicht krystallisierende Harz wurde in Eisessig aufgelöst und mit Chlorwasserstoff-Eisessig versetzt. Das anfänglich als Öl ausgeschiedene Chlorid fing bald an

¹⁾ l. c.

zu kristallisieren. Das kristallinische Pulver des Chlorids wurde abfiltriert, mit Eisessig gewaschen und auf Tonplatten getrocknet (12 g). In diesem Zustande ist es schon ziemlich rein, wie sein Schmp. 129—130° zeigt. Das aus benzolischer Lösung durch Zusatz von Chlorwasserstoff-Eisessig gefällte Chlorid stellt ein weißes Pulver vor, welches an der Luft, wie beim Erwärmen unter der Eisessigmutterlauge leicht eine gelbliche Farbe annimmt. In Schwefelsäure löst sich das Chlorid und gibt dabei bei kleinen Konzentrationen des Chlorids eine hellgrüne Färbung, bei bedeutenderen eine dunkel-violettrote.

0.5021 g Sbst.: 0.1476 g AgCl.

$C_{26}H_{27}Cl$. Ber. Cl 7.58. Gef. Cl 7.27.

Die Darstellung des Kohlenwasserstoffs. 6 g Chlorid wurden in 30 ccm Xylol aufgelöst und mit 3.5 g Chinolin versetzt. Nach den oben beschriebenen Operationen kristallisierten intensiv orangerote Krystalle aus, welche bei 237—239° und nach dem Umkrystallisieren aus heißem Xylol bei 240—241° (in Kohlendioxyd-Atmosphäre) schmolzen. In konzentrierter Schwefelsäure löst sich der Kohlenwasserstoff mit einer grünen Farbe, welche einen mehr braunen Stich hat, als die Lösungen des Chlorids. Die stärkeren Lösungen besitzen dunkel-violettrote Färbung wie die Lösungen des Chlorids.

0.1941 g Sbst.: 0.6656 g CO_2 , 0.1079 g H_2O . — 0.2002 g Sbst.: 0.6872 g CO_2 , 0.1111 g H_2O .

$C_{36}H_{28}$. Ber. C 93.91, H 6.09.
Gef. » 93.52, 93.61, » 6.17, 6.16.

Wie das Tetraphenylchinodimethan ist der Kohlenwasserstoff in trockenem Zustande an der Luft beständig, aber seine Lösungen oxydieren sich sehr leicht. Die Lösung in Xylol addiert Brom, wobei das in Xylol schwer lösliche, in Schwefelsäure sich mit brauner Farbe auflösende Bromid sich bildet.

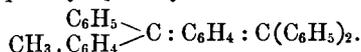
0.5 g Kohlenwasserstoff wurden in Benzol aufgelöst und mit Chlorwasserstoff-Eisessig versetzt. Die Flüssigkeit entfärbte sich. Nach dem Eingießen in eine Glasschale und Verdampfen des Benzols schied sich ein dickes Öl aus. Beim Behandeln im Probezylinder mit einer neuen Menge von Chlorwasserstoff-Eisessig fing das Öl an, langsam zu kristallisieren. Das abfiltrierte und getrocknete Chlorid (0.4 g) stellte ein Pulver vor, welches zwischen 150—160° schmolz und in Schwefelsäure sich mit schmutzig-grüner Farbe löste. Die starken Lösungen haben dunkel-violettrote Färbung. Nachdem aber das Chlorid mit einer kleinen Menge chlorwasserstoffhaltenden Eisessig aufgeköcht war, schmolz es bei 170—172° (0.3 g) und löste sich in Schwefelsäure mit oranger Farbe auf. Schließlich nach dem Umkrystallisieren aus heißem chlorwasserstoffhaltenden Eisessig schmolz es unter Zersetzung bei 174—175° und behielt diesen Schmelzpunkt auch. Schon vor dieser Temperatur erhielt das Chlorid eine orange Farbe.

0.2056 g Subst.: 0.0603 g AgCl.

$C_{32}H_{27}Cl$. Ber. Cl 7.58. Gef. Cl 7.25.

Bei der Addition des Chlorwasserstoffs zum Triphenyl- α -naphthylchinodimethan bildet sich also hauptsächlich das Chlorid, welches von dem Ausgangschlorid verschieden ist. Nach der Analogie der Addition des Chlorwasserstoffs zum Tetraphenylchinodimethan und auch wegen seiner Eigenschaft, sich in Schwefelsäure mit oranger Farbe aufzulösen, um beim Erwärmen eine orange Farbe anzunehmen, hat das Chlorid ohne Zweifel die Struktur des *p*-Diphenyl- α -naphthylmethyl-triphenylchloromethans, $C_{10}H_7 > C(C_6H_5)_2 \cdot CCl(C_6H_5)_2$.

Triphenyl-*p*-tolylchinodimethan,



Zur Darstellung des *p*-Benzhydryldiphenyl-*p*-tolylcarbinols wurden 10 g *p*-Bromtoluol, 1.35 g Magnesium und dann 10 g *p*-Benzoyltriphenylmethan gebraucht. Die Reaktion wurde ebenso wie im vorigen Falle ausgeführt. Der Rückstand stellte nach dem Abdampfen des Äthers ein nicht krystallisierbares Öl dar. Wie das Carbinol selbst, so stellen auch seine verschiedenen Derivate recht unbequem zu reinigende Produkte wegen sehr schlechter Krystallisationsfähigkeit vor. So wurden beim Versuche, den Methyl- und Äthyläther des Carbinols durch Hinzufügen einiger Tropfen von Acetylchlorid zur Lösung des rohen Produktes in dem entsprechenden Alkohol darzustellen, in den Alkoholen sehr schwer lösliche Harze erhalten, welche nicht krystallisierten. Das Bromid und das Chlorid, welche durch Versetzen der essigsauren Lösung des rohen Produktes mit Brom- bzw. Chlorwasserstoff-Eisessig dargestellt wurden, schieden sich anfänglich auch als dicke Öle aus. Beim Stehen im Laufe einiger Tage fing das Bromid an zu krystallisieren. Zur Krystallisation des Chlorids war noch mehr Zeit erforderlich. Bei Versuchen, das Bromid aus verschiedenen Lösungsmitteln umzukrystallisieren, schied sich immer ein Öl aus, das nur sehr langsam erstarrte. Das abfiltrierte, starr gewordene Bromid (10.5 g), mit Eisessig gewaschen, stellte ein gelbliches Pulver vor, welches beim Erwärmen orange Farbe annahm, etwa zwischen 156—164° unter Zersetzung schmolz und in Schwefelsäure sich mit oranger Farbe auflöste.

0.4533 g Subst.: 0.1308 g AgCl.

$C_{33}H_{27}Cl$. Ber. Cl 7.78. Gef. Cl 7.15.

Zur Reaktion mit Chinolin wurden 5 g Bromid in 25 ccm Xylol und 2 g Chinolin gebracht. Nach den oben beschriebenen Operationen

wurden 1.5 g von orangeroten, körnigen Krystallen des Kohlenwasserstoffs erhalten, welche bei 189—191° und nach dem Umkrystallisieren aus heißem Xylol bei 197° in Kohlendioxyd-Atmosphäre schmolzen. Der Kohlenwasserstoff löst sich in Schwefelsäure mit oranger Farbe. Er ist — besonders in nicht völlig trockenem Zustande — viel empfindlicher gegen den Luftsauerstoff und gegen Licht, als die beiden vorigen, weshalb die Arbeit mit ihm viele Unbequemlichkeiten bot.

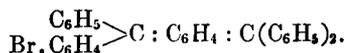
0.1704 g Subst.: 0.5845 g CO₂, 0.0977 g H₂O.

C₃₃H₂₆. Ber. C 93.84, H 6.16.

Gef. » 93.55, » 6.37.

Die Lösungen des Kohlenwasserstoffs entfärben Brom, wobei das in Xylol schwer lösliche Bromid entsteht, welches in Schwefelsäure sich mit oranger Farbe auflöst. Chlorwasserstoff und Bromwasserstoff in Eisessig entfärben augenblicklich die Lösungen des Kohlenwasserstoffs.

p-Brom-tetraphenyl-chinodimethan,



Zur Darstellung des Carbinols von der Struktur $\text{C}_6\text{H}_5 \text{ > } \text{C}(\text{OH}) \cdot \text{C}_6\text{H}_4\text{Br}$.

C₆H₄.CH(C₆H₅)₂ wurden 13 g *p*-Dibrombenzol, 1.35 g Magnesium und 7 g *p*-Benzoyltriphenylmethan genommen. Nach der oben beschriebenen Behandlung hinterließ die ätherische Lösung ein nicht krystallisierbares Öl. Das Carbinol und seine Derivate sind noch weniger krystallisationsfähig, als die Derivate des *p*-Tolyls. Es gelang nur, das Bromid als festes Pulver auf folgende Weise zu erhalten. Das ölige Bromid, welches beim Versetzen der Eisessiglösung des roten Produktes mit Bromwasserstoff-Eisessig erhalten wurde, wurde in Benzol aufgelöst und durch Versetzen mit Alkohol der harzartige Äthyläther des Carbinols dargestellt. Der mit Alkohol gewaschene und getrocknete Äther wurde in Eisessig aufgelöst und von neuem durch den Zusatz von Bromwasserstoff-Eisessig das Bromid als ein Öl gefällt, welches in kurzer Zeit anfang, starr zu werden. Nach einigen Tagen wurde das erstarrte Bromid zu Pulver zerrieben, mit bromwasserstoffhaltigen Eisessig gewaschen und getrocknet. Dieses Pulver (5 g), welches sich in Schwefelsäure mit orangeroter Farbe löste und keinen bestimmten Schmelzpunkt hatte, wurde für die Reaktion mit Chinolin gebraucht. Die Ausbeute an dem chinoiden Bromid war vermutlich durch die Unreinheit des Ausgangsbromids sehr klein, aus 5 g Bromid wurden, nämlich nur etwa 0.4 g der Substanz gewonnen, welche die oben beschriebene Zusammensetzung hatte.

Beim Kochen mit Chinolin erhielt die Flüssigkeit eine dunkle, örangerote Färbung. Das *p*-Bromtetraphenyl-chinodimethan schied sich als ein braunrotes, krystallinisches Pulver aus, dessen Farbe der Farbe des roten Phosphors sehr ähnlich ist. Wenn nicht völlig trocken, ist es sehr empfindlich gegen den Luftsauerstoff. In Schwefelsäure löst es sich mit orangeroter Farbe. In Kohlendioxyd-Atmosphäre schmilzt das Bromid unter Zersetzung bei 257—259°. In heißem Xylol ist das Bromid wenig löslich.

0.1544 g Sbst.: 0.4436 g CO₂, 0.0726 g H₂O. — 0.1239 g Sbst.: 0.0468 g AgBr.

C₃₂H₂₃Br. Ber. C 78.85, H 4.72, Br 16.41.

Gef. » 78.35, » 5.22, » 16.15.

Petrowskoje-Rasumowskoje bei Moskau, Landwirtschaftliches Institut.

471 M. Dennstedt und F. Hassler: Die gleichzeitige Bestimmung des Stickstoffs mit Kohlenstoff, Wasserstoff usw. in organischen Verbindungen nach der Methode der vereinfachten Elementaranalyse.

[Mitteilung aus dem Chemischen Staatslaboratorium in Hamburg.]

(Eingegangen am 1. August 1908.)

Das zuerst von Jannasch und Victor Meyer¹⁾ gelöste Problem, die Bestimmung des Kohlenstoffs und Wasserstoffs mit der des Stickstoffs zu verbinden, hat uns schon vor 10 Jahren beschäftigt. Es war uns auch zu jener Zeit tatsächlich gelungen, die Methode der vereinfachten Elementaranalyse in diesem Sinne zu erweitern, sodaß man in der Lage war, neben Kohlenstoff, Wasserstoff und Stickstoff auch noch Schwefel, die Halogene und etwa vorhandene Asche in einer Operation zu bestimmen. Die Methode, die allerdings eine nicht immer vorhandene analytische Handfertigkeit voraussetzt, ist in der Entwicklungsgeschichte der organischen Elementaranalyse²⁾ veröffentlicht worden.

Seit jener Zeit ist die vereinfachte Elementaranalyse durch die Einführung des geteilten Sauerstoffstroms wesentlich sicherer gestaltet worden, und es erschien uns erwünscht, die neugewonnenen Er-

¹⁾ Ann. d. Chem. **233**, 375.

²⁾ M. Dennstedt, die Entwicklung der organ. Elementaranalyse, Stuttgart, Ferdinand Enke, 1899.